



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0613338-0 B1

(22) Data do Depósito: 08/06/2006

(45) Data de Concessão: 01/08/2017



(54) Título: MÉTODO PARA PRODUZIR DERIVADOS DE GOMA GUAR CONTENDO GRUPOS AMINOALQUILA, DERIVADOS DE GOMA GUAR CONTENDO GRUPOS AMINOALQUILA E USO DE DERIVADOS DE GOMA GUAR CONTENDO GRUPOS AMINOALQUILA

(51) Int.Cl.: C08B 37/08; A61K 8/73; A61Q 5/12; C02F 1/56

(30) Prioridade Unionista: 15/06/2005 DE 10 2005 027 498.6

(73) Titular(es): DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC

(72) Inventor(es): CARSTEN HÜTTERMANN; MEINOLF BRACKHAGEN; JÜRGEN ENGELHARDT

"MÉTODO PARA PRODUZIR DERIVADOS DE GOMA GUAR CONTENDO GRUPOS AMINOALQUILA, DERIVADOS DE GOMA GUAR CONTENDO GRUPOS AMINOALQUILA E USO DE DERIVADOS DE GOMA GUAR CONTENDO GRUPOS AMINOALQUILA"

[001] A presente invenção refere-se a derivados de goma Guar contendo grupos aminoalquila e a um método para produzir esses derivados de polissacarídeos através de eterificação de grupos hidroxila livres de goma Guar ou de derivados de goma Guar usando haletos de di-alquilamino alquila.

[002] Polissacarídeos catiônicos e contendo grupos amina podem ser utilizados de forma diversificada, como, por exemplo, como produtos químicos para fabricação de papel e celulose, como agentes de quelatização e floculação ou como condicionadores de cabelo.

[003] Principalmente o quitosana, 2-amino-2-dexoxi-celulose, encontra muitas possibilidades de aplicação, entre elas como agente espessante resistente ao ácido em preparados cosméticos. A obtenção desse polissacarídeo natural é porém um processo dispendioso, o que se reflete em preços elevados dos produtos. O elevado preço têm impedido um largo uso desses polissacarídeos e derivados de polissacarídeo.

[004] Já são conhecidas do estado da técnica algumas possibilidades de fabricar derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila.

[005] No documento EP 0 175 113 A2 são descritos derivados de polissacarídeo que são produzidos através da reação de polissacarídeos ou derivados de polissacarídeo com substâncias contendo grupos acetal. Em um exemplo é utilizado como base de derivado de polissacarídeo goma guar de dietilaminoetila com um grau de substituição (DS 0,12). Não

foram dadas informações quanto às propriedades da goma guar de dietilaminoetila.

[006] No documento DE 28 40 011 é descrito um método para produzir goma guar de dietilaminoetila, caracterizado pelo fato de a fase aquosa de reação ser emulsionada em um solvente não miscível com água com adição de um agente tensoativo. O método apresenta a desvantagem de serem utilizadas quantidades consideráveis de agente tensoativo. Os produtos reivindicados através do método possuem a desvantagem de eles apresentarem um peso molecular baixo e uma viscosidade bem menor do que os produtos de acordo com a invenção.

[007] No documento US 4,276,414 é descrito em um exemplo 4 a reação de goma guar com 0,04 mol de cloreto de dietilaminoetila por mol de anidro-açúcar em isopropanol aquoso. Porém não são dadas informações quanto às propriedades dessa goma guar de dietilaminoetila com baixa substituição.

[008] No documento US 3,498,912 é descrita a produção de goma guar de alquilaminoalquila para o tratamento de efluentes. Neste caso, são preferíveis as reações de goma guar com aminas, que contém grupos epóxi ou haloidrina ($\text{XCH}_2\text{-CH(OH)-R}$). Eles apresentam um grau de substituição DS(N) de 0,01 a 0,5. Graus de substituição são mais difíceis de obter e não são preferíveis. A produção da goma guar de alquilaminoalquila é feita em um solvente alcoólico.

[009] O documento US 2001/0051143 A1 apresenta gomas guar cationicamente modificadas com um DS de 0,25 a 1,0 que é obtido por reação em um meio alcoólico.

[0010] Os métodos até então conhecidos e seus produtos

apresentam, porém, algumas falhas. Os métodos conhecidos geram produtos, que não são claramente solúveis o suficiente e que - em caso de viscosidade inicial estabelecida - apresentam uma viscosidade final muito baixa para muitas aplicações (e peso molecular correspondentemente baixo). Um peso molecular alto é importante para muitas aplicações, nas quais podem ser utilizados polissacarídeos. Exemplos disso são a purificação de efluentes ou agentes condicionadores para cabelo.

[0011] Por isso, é tarefa da presente invenção, desenvolver derivados de polissacarídeos contendo grupos amina, de elevado peso molecular, que são claramente solúveis já com baixo grau de substituição.

[0012] Descobriu-se então que através da eterificação a seguir descrita da goma guar ou de derivados da goma guar com cloretos de aminoalquila, por exemplo, cloreto-cloridrato de dietilaminotila (DEC), foi possível produzir uma quantidade surpreendentemente elevada de goma guar dialquilaminoalquila em um método Slurry.

[0013] Os produtos podem ser purificados com pouco esforço e apresentam as seguintes vantagens em relação ao estado da técnica:

- 1) Esses derivados de polissacarídeos contendo grupos amina se dissolvem muito bem na água fria com elevada clara solubilidade,
- 2) Os produtos possuem um elevado peso molecular,
- 3) As soluções aquosas apresentam uma elevada viscosidade.

[0014] É objeto da presente invenção um método para produzir derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila, caracterizado pelo fato de:

- a) goma guar ou um derivado de goma-guar ser dispersa em uma mistura (pasta) a partir de um solvente aprótico miscível em água e
- b) a goma guar ou derivado de goma guar alcalinizada com uma base e
- c) ser realizada em seguida uma eterificação com um reagente contendo grupos amina a temperaturas eventualmente elevadas e finalmente
- d) ser neutralizada se necessário e
- e) se necessário ser filtrado o produto de reação, se necessário ser lavado, se necessário secado e se necessário moído.

[0015] A goma guar é uma farinha obtida por moagem do endoesperma da semente da planta *Cyamopsis tetragonolobus*, cultivada na Índia. Componente principal da goma guar é o guaraná, um polissacarídeo não ionogênico de unidades D-manopirranose ligas glicosidicamente β -(1->4) com D-galactopirranose ligada α -(1->6) na cadeia lateral, na verdade cada unidade de D-galctose em 2 unidades de manose.

[0016] No lugar da goma guar também podem ser utilizados derivados de goma guar, principalmente éter de goma guar. Exemplos de éter goma guar são goma guar de hidroxipropila, goma guar de hidroetila, goma guar de metila, goma guar de carboximetila ou éter de goma guar com substituintes misturados como, por exemplo, goma guar de hidroxipropilmetila ou goma guar de hidroxietilmetila.

[0017] Para o meio pastoso (pasta = solvente + água) são empregados solventes que são miscíveis à água e apróticos. Neste , trata-se preferivelmente de cetona ou éter. Solventes especialmente preferíveis são acetona, metiletilcetona,

dimetoxietano. Muito especialmente preferível é o dimetoxietano.

[0018] A porcentagem de solvente no meio de reação deve ser suficientemente alta para que a goma guar hidrosolúvel ou derivado de goma guar não seja dissolvida mas dispersada. Do mesmo modo, a porcentagem de água no meio de reação deve ser elevada de modo que a base seja pelo menos parcialmente dissolvida durante alcalização no meio de reação. É preferível uma porcentagem do solvente no meio de reação de 40-90%.

[0019] A reação é realizada na presença de solventes apróticos miscíveis à água em um vaso misturador ou misturador de reação. A reação pode ser realizada em um vaso misturador, se a relação de polissacarídeo para pasta for de até 1:5 aproximadamente, preferivelmente 1:15 a 1:6 partes em peso. No caso de relações mais altas de até 1:4 aproximadamente de partes em peso a mistura básica pode ser eventualmente mais dificilmente agitada. Neste caso, pode ser utilizado um misturador de reação. Estes são apresentados, por exemplo, com a marca All In One Reactor® (Gebr. Lödige Maschinenbau, Division Drais, Mannheim) ou com a marca DRUVATHERM® Reaktor (Gebr. Lödige Maschinebau, Paderborn). Esses misturadores em geral são compostos de uma câmara misturadora em formato cilíndrico na maioria das vezes, dispostas em sentido horizontal. Lá se encontra um eixo provido, por exemplo, de elementos misturadores em forma de pá ou arado. Quando o eixo gira partículas do leito de produto de mistura são expelidas bem como agitas e misturadas no compartimento sobre o produto de mistura. O misturador pode eventualmente ser provido de outras peças agregadas,

como, por exemplo, cabeças porta-lâminas ou bocais. [Karl Sommer em: "Mixing of Solids, 3 Designs of Solid - - Solid Mixers, 3.3 Paddle Mixers"mann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2002. DOI: 10.1002/1436007.b02_27, Article Online Posting Date: June 15, 2000].

[0020] A goma guar ou derivado de goma guar é misturado antes da adição do reagente contendo grupos amina, com uma base, preferivelmente um hidróxido de metal alcalino ou de metal alcalino-terroso, especialmente preferível hidróxido de sódio. A sequência da adição também pode ser invertida. A base, neste caso, pode ser adicionada na forma sólida ou na forma de uma solução. Se foram utilizadas exclusivamente bases sólidas, então será necessário adicionar um pouco de água, já que uma determinada quantidade de água precisa estar presente durante a alcalinização no sistema.

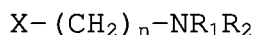
[0021] Se for utilizada a amina livre, poderá ser ligado ácido que se forma durante a eterização através do grupo amina. Porém deverão ser utilizados preferivelmente pelo menos 0,5 de base equivalente por mol de amina, especialmente preferível pelo menos 0,7 equivalente para atingir uma velocidade de reação suficiente.

[0022] No máximo, serão utilizados 1,5 base-equivalente por mol de amina, preferivelmente no máximo 1,2 mol e em uma forma especialmente preferível de concretização 0,8-1,1 mol.

[0023] A quantidade-base deve ser correspondentemente elevada, se o reagente contendo grupos amina for utilizado na forma de um sal de amônio, por exemplo como cloridrato. Então, será preciso adicionar também à base pelo menos uma quantidade equimolar, com relação ao sal de amônio, para

liberar a amina por exemplo do cloridrato.

[0024] São apropriados como reagente contendo grupos amina compostos da fórmula geral



onde,

X - grupo de saída, preferivelmente cloro, bromo, iodo ou um resíduo de ácido sulfônico $R'SO_3$, sendo R' um resíduo aromático ou alifático, por exemplo para-toluil ou metil,

X - é porém preferivelmente cloro, e

n - precisa ser pelo menos 2,

os radicais R_1 e R_2 , independentemente entre si, significam substituintes alquila ou arila alifáticos ou ramificados ou cíclicos, eventualmente substituídos por hetero-átomos, com 1-24 átomos C ou H. Dois radicais R_1 e R_2 podem formar um anel juntamente com o nitrogênio.

[0025] Exemplos de reagentes contendo grupos amina a serem empregados, de acordo com a invenção, são N-(2-cloroetil)-N,N-diisopropilamina, N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina, N-(3-cloropropil)-N,N-dimetilamina, N-(3-cloropropil)-N,N-dietilamina, N-(2-cloroetil)-N,N-dimetilamina e N-(2-cloropropil)-N,N-dimetilamina. Os radicais R_1 e R_2 podem formar um resíduo cíclico juntamente com o nitrogênio. Exemplos de reagentes contendo grupos amina, utilizados de acordo com a invenção, que formam nos dois radicais R_1 e R_2 um anel juntamente com o nitrogênio, são N-(2-cloroetil)-pirrolidina, N-(2-cloroetil)-piperidina e N-(2-cloroetil)-morfolina. Os reagentes contendo grupos amina podem ser utilizados na forma dos sais de amônio, como, por exemplo, de um cloridrato. Tanto a matéria sólida como também uma solução, por exemplo, 65% em peso ou 50% em peso podem ser

empregados em água ou em um outro solvente.

[0026] São preferivelmente empregados N-(2-cloroetil)-N,N-diisopropilamina, cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina ou cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dimetilamina.

[0027] Por mol de açúcar-anidro são utilizados aproximadamente 0,1 - 3 mol, preferivelmente 0,1-2 mol aproximadamente, especialmente preferível 0,3-1,5 mol aproximadamente de reagente contendo grupos amina.

[0028] A reação é realizada preferivelmente a temperaturas de 40° C até 90° C aproximadamente, especialmente preferível 60° C até 75° C aproximadamente. A duração da reação depende do reator e da quantidade utilizada de derivado de aminoalquila e é de preferivelmente 30 minutos a 4 horas, especialmente preferível de 2 a 4 horas.

[0029] Após a reação o produto é liberado se necessário, por exemplo, por filtração de sais e de produtos secundários. Para tanto, são adicionados antes e depois da filtração ácidos tais como ácidos fórmicos, acéticos, ácidos clorídricos ou ácidos sulfônicos. O bolo de filtração é lavado se necessário com um agente de lavagem apropriado. Como agente de lavagem preferível, além dos solventes apróticos miscíveis à água, também mostraram-se eficazes álcoois, como, por exemplo, isopropanol, etanol ou metanol, ou cetona, como por exemplo acetona e suas misturas com água. Um agente de lavagem preferível é uma mistura de isopropanol e água na proporção de isopropanol:água 3:2 até 9:1. Mas também é possível não remover os produtos secundários e utilizar o produto na forma não purificada para aplicações técnicas.

[0030] O produto isolado do meio de reação e eventualmente purificado é secado se necessário e moído se necessário. Para tanto, podem ser empregados dispositivos disponíveis no mercado.

[0031] O rendimento é calculado neste caso de acordo com a fórmula mencionada no documento EP-A 0 310 787:

$$\text{Rendimento (em\%)} = \text{DS}_{\text{teórico}} / \text{DS}_{\text{medido}}$$

$\text{DS}_{\text{teórico}}$ = grau de substituição teoricamente possível DS, é calculado a partir da proporção molar de reagente contendo grupos amina para açúcar-anidro

$\text{DS}_{\text{medido}}$ = DS medido, é calculado a partir da fórmula

$$\text{DS}_{\text{medido}} = \%N \cdot M_{\text{ps}} / (14 \cdot 100) - (\%N \cdot (N_{\text{ve}} - 1)) \quad \text{com}$$

M_{ps} = porcentagem em peso molecular de uma unidade monômera da goma guar em g/mol

$\%N$ = valor de nitrogênio medido em % em peso, com relação ao produto secado

M_{ve} = peso molecular do reagente contendo grupos amina em g/mol

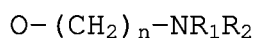
[0032] Essa fórmula porém fornece somente valores exatos, se o teor de nitrogênio se referir somente ao polissacarídeo contendo grupos amina. Os valores indicados após determinação de nitrogênio (segundo Kjeldahl) referem-se porém à massa total, se necessário corrigida tendo em conta a umidade. Um $\text{DS}_{\text{medido}}$ exato é calculado se o valor de nitrogênio for referente ao teor ativo, ou seja, o teor de nitrogênio medido é corrigido tendo em conta os ácidos e sais ainda presentes:

$$\text{DS}_{\text{medido}} = \frac{\%N \cdot M_{\text{ps}} \cdot \frac{Ag}{100}}{(14 \cdot 100) - (\%N \cdot \frac{Ag}{100} \cdot (M_{\text{ve}} - 1))}$$

com Ag= teor ativo, com relação à massa seca total em %

[0033] Através do método, de acordo com a invenção, podem ser produzidos derivados de goma guar contendo grupos amina em instalações simples, conhecidas e em quantidade maior. Desse modo, As reações podem ser realizadas com uma consistência maior. Dispensa-se a adição de tensoativos que precisam ser removidos em seguida do produto. Uma outra vantagem é a purificação simples dos derivados de goma guar. Os produtos podem separados por filtração facilmente da pasta e purificados heterogeneamente.

[0034] No caso dos produtos do método, de acordo com a invenção, que formam um outro objeto da presente invenção, trata-se de derivados de goma guar, nos quais uma parte dos grupos hidroxila foi convertida em grupos dialquilaminoalquil-eter da fórmula geral



sendo que

n - deve ser pelo menos 2,

os radicais R_1 e R_2 , independentemente entre si, significam substituintes alquila ou arila, alifáticos ou ramificados ou cíclicos, eventualmente substituídos por hetero-átomos ou H. Dois radicais R_1 e R_2 podem formar um anel juntamente com o nitrogênio.

[0035] O nitrogênio do substituinte pode estar presente também na forma quaternizada, por exemplo, através de uma outra reação com o reagente contendo grupos amina.

[0036] Os derivados de goma guar, de acordo com a invenção - no caso de mesmo peso molecular do material de partida - possuem pesos moleculares mais altos do que aqueles que foram produzidos de acordo com o estado da técnica. Isso pode ser detectado com auxílio do índice de Staudinger dos derivados

produzidos de acordo com a invenção em comparação com aqueles produtos que foram produzidos de acordo com o método de emulsão descrito no documento DE 2 840 011.

[0037] Um alto peso molecular é importante para muitas aplicações, nas quais podem ser utilizados polissacarídeos catiônicos. Exemplos disso são a purificação de efluente ou o condicionamento de cabelos.

[0038] Os derivados de goma guar dialquilaminoalquila, em comparação com derivados de goma guar, que foram produzidos de acordo com o estado da técnica, apresentam, além disso, uma alta viscosidade em caso de uma elevada solubilidade clara.

[0039] Os produtos produzidos, de acordo com a invenção, podem ser utilizados, por exemplo, como condicionadores de cabelo, cremes, loções ou cremes de limpeza para o rosto e corpo. Também podem ser empregados como agentes auxiliares de floculação, como, por exemplo, na purificação de efluentes. Essas aplicações dos derivados de goma guar de dialquilaminoalquila formam mais um objeto da presente invenção.

A invenção será a seguir mais detalhadamente esclarecida através dos exemplos seguintes sem restringi-la porém a estes exemplos.

Exemplos

[0040] O DS indicado refere-se a goma guar pura de dialquilaminoetila, ou seja, quantidade total foi corrigida quanto ao teor de água, teor de íons cloreto, assim como quanto ao teor de íons sódio. O teor de íons sódio foi determinado a partir da cinza sulfatada pressupondo-se que esta é composta em 100% de Na_2SO_4 .

[0041] Os índices de Staudinger foram determinados através de medições de viscosidade em um viscosímetro capilar segundo Ubbelohde a 20° C em uma solução de 0,1 M NaCl. A avaliação é feita de acordo com o método segundo Huggins.

[0042] A densidade de carga refere-se ao número de grupos amina quaternizados e foi determinada através de titulação com polieletrólito em comparação com sal sódico do ácido sulfônico polietileno com pH de 11,5.

[0043] Os produtos químicos foram adquiridos comercialmente. O teor de nitrogênio foi determinado segundo o método de Kjeldahl e baseia-se em uma dupla determinação da amostra. As viscosidades foram determinadas em uma solução de 2% em peso do polímero com um gradiente de cisalhamento de 2,55 s⁻¹ com reômetro do tipo Rotovisko VT 550, Fa. Haake.

[0044] Exemplos 1-6: Produção de goma guar de dietilaminoetila em uma pasta de água-dimetoxietano.

[0045] Goma guar (53 g, teor de matéria seca 92,18%, índice de Staudinger: 1392 mL/g) é suspenso em uma mistura derivada de dimetoxietano (647,8 g) e água (96,3 g) em um equipamento agitador de fundo redondo e com junta esmerilhada em vidro com capacidade para 1L provido de agitadores-impelidores.

[0046] A quantidade indicada de hidróxido de sódio é adicionada como matéria sólida e após 1 hora, sob temperatura ambiente, a quantidade indicada de cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina é adicionada como solução aquosa (65% em peso), e a mistura de reação é aquecida sob atmosfera de nitrogênio a 60° C. Após um intervalo de reação de 4 horas a formulação é resfriada e neutralizada com sal clorídrico (19% em peso), em um pH de 6 -7. O produto é várias vezes

lavado com isopropanol aquoso a 80% e por fim co acetona pura, secado e moído.

Formulação	Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3
NaOH,g	5,3	7,9	10,6
cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina (65% em peso), g	15,9	23,8	31,8
Rendimento bruto, g	49,9	55,0	58,1
Teor de matéria seca, %	96,53	97,03	96,6
Teor de nitrogênio,% com relação à massa seca	1,55	2,16	2,61
DS(N)	0,21	0,31	0,4
Densidade de carga com pH de 11,5, mmol/g	0	0,16	0,18
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de dietilaminoetila, %	100	100	99
Cinza sulfatada,% em relação à massa seca	1,83	1,43	1,35
Teor de cloreto,% em relação à massa seca	2,35	3,63	5,1
Viscosidade (2%em peso em água), mPa*s	51800	39830	33060
Turbidez (1% em peso em água), NTU	41,7	18,4	13,3
Transmissão (1% em peso em água),%	58,8	77	82,1
Índice de Staudinger, mL/g	1256	1411	1410

Formulação	Ex. 4	Ex. 5	Ex. 6
NaOH,g	13,2	26,4	39,6
cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina (65% em peso), g	39,7	79,4	119,2
Rendimento bruto, g	39,6	58,5	73,1
Teor de matéria seca, %	96,7	96,8	96,0
Teor de nitrogênio,% com relação à massa seca	2,9	4,2	4,9
DS(N)	0,5	0,8	1,1
Densidade de carga com pH de 11,5, mmol/g		0,31	0,31
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de dietilaminoetila, %	90	81	72
Cinza sulfatada,% em relação à massa seca	1,1	0,7	0,6
Teor de cloreto,% em relação à massa seca	5,4	9,0	11,8
Viscosidade (2%em peso em água), mPa*s	27660	15350	12750
Turbidez (1% em peso em água), NTU	10,7	5,6	4,5
Transmissão (1% em peso em água),%	86,0	92,1	93,2
Índice de Staudinger, mL/g		1177	1198

[0047] Exemplos comparativos 1-5: produção de goma guar de dietilaminoetila em uma emulsão de água em óleo de acordo com o documento DE 2840011:

[0048] Goma guar (61g, teor de matéria seca 92,18%, índice de Staundinger: 1392 mL/g) é suspensa em uma mistura de octano (200g) e Brij 92 (20 g) em um equipamento agitador de fundo redondo com junta esmerilhada em vidro, com capacidade de 500 mL, provido de impelidor-agitador.

[0049] A quantidade indicada de cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina é adicionada como solução aquosa (65% em peso). Em seguida a quantidade indicada de hidróxido de sódio é adicionada como solução aquosa a 50% dentro de 45 minutos. A mistura de reação é aquecida sob atmosfera de nitrogênio a 70° C. Após um tempo de reação de 4 horas a formulação é resfriada e neutralizada com ácido clorídrico concentrado em pH de 4,5. O produto é várias vezes lavado com isopropanol aquoso a 80, e por fim com acetona pura, secado e moído.

Formulação	Comp. 1	Comp. 2	Comp. 3
Solução de NaOH, (50% em peso)g	17,7	29,01	46,41
cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina (65% em peso), g	26,7	46,3	74,1
Rendimento bruto, g	30,3	37,3	47,8
Teor de matéria seca, %	95,6	96,39	95,46
Teor de nitrogênio,% com relação à massa seca	1,4	2,93	3,77
DS(N)	0,18	0,47	0,74
Densidade de carga com pH de 11,5, mmol/g	0	0,21	0,33
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de dietilaminoetila, %	62	95	92
Cinza sulfatada,% em relação à massa seca	5,5	3,39	8,02
Teor de cloreto,% em relação à massa seca	2,5	6,55	11,6
Viscosidade (2%em peso em água), mPa*s	13790	338	33,6
Turbidez (1% em peso em água), NTU	81,1	8,3	6,5
Transmissão (1% em peso em água),%	70,9	92,1	92,9
Índice de Staudinger, mL/g	776	403	256

Formulação	Comp. 4	Comp. 5
Solução de NaOH, (50% em peso)g	58,01	87,02
cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina (65% em peso), g	93,0	139,0
Rendimento bruto, g	60,5	61,0
Teor de matéria seca, %	90,4	92,5
Teor de nitrogênio,% com relação à massa seca	4,18	5,03
DS(N)	0,88	1,12
Densidade de carga com pH de 11,5, mmol/g	0,38	0,42
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de dietilaminoetila, %	88	75
Cinza sulfatada,% em relação à massa seca	6,9	1,34
Teor de cloreto,% em relação à massa seca	13,3	12,1
Viscosidade (2%em peso em água), mPa*s	27,6	31,2
Turbidez (1% em peso em água), NTU	12,1	5,6
Transmissão (1% em peso em água),%	88,5	95,7
Índice de Staudinger, mL/g	245	236

[0050] Exemplos 7-9: Produção de goma guar de

diisopropilaminoetila em uma pasta de água-dimetoxietano.

[0051] Goma guar (53 g, teor de matéria seca 92,18%, índice de Staudinger: 1392 mL/g) é suspenso em uma mistura de dimetoxietano (324 g) e água (94 g) em um equipamento agitador de fundo redondo com junta esmerilhada em vidro, com capacidade de 1L, provido de impelidores-agitadores.

[0052] A quantidade indicada de hidróxido de sódio é adicionada como matéria sólida e após 1 hora, sob temperatura ambiente, a quantidade indicada de cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-diisopropilamina é adicionada como solução aquosa (65% em peso) e a mistura de reação é aquecida sob atmosfera de nitrogênio a 60° C. Após um tempo de reação de 4 horas a formulação é resfriada e neutralizada com ácido clorídrico (19% em peso) com pH de 6-7. O produto é várias vezes lavado com isopropanol aquoso a 80% e por fim com acetona pura, secado e moído.

Formulação	Ex. 7	Ex. 8	Ex. 9
NaOH, g	13,2	26,4	39,6
cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-diisopropilamina (65% em peso), g	46,2	92,4	138,6
Rendimento bruto, g	68,1	87,5	77,7
Teor de matéria seca, %	96,46	97,18	96,80
Teor de nitrogênio, % com relação à massa seca	1,97	3,44	4,14
DS(N)	0,30	0,60	0,93
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de diisopropilaminoetila, %	68	88	77
Cinza sulfatada, % em relação à massa seca	2,27	1,19	0,40
Teor de cloreto, % em relação à massa seca	4,87	1,19	10,2
Viscosidade (2% em peso em água), mPa*s	28990	15640	10320
Turbidez (1% em peso em água), NTU	6,8	3,2	6,0
Transmissão (1% em peso em água), %	93,3	98,6	94,5
Índice de Staudinger, mL/g	1419	1252	963

[0053] Exemplos 10-12: Produção de goma guar de

dimetilaminoetila em uma pasta de água-dimetoxietano.

[0054] Goma guar (88 g, teor de matéria seca 92,18%, índice de Staudinger: 1392 mL/g) é suspenso em uma mistura de dimetoxietano (540 g) e água (164 g) em um equipamento agitador de fundo redondo com junta esmerilhada em vidro, com capacidade de 1L, provido de impelidores-agitadores.

[0055] A quantidade indicada de hidróxido de sódio é adicionada como matéria sólida e após 1 hora, sob temperatura ambiente, a quantidade indicada de cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dimetilamina é adicionada como solução aquosa (65% em peso) e a mistura de reação é aquecida sob atmosfera de nitrogênio a 60° C. Após um tempo de reação de 4 horas a formulação é resfriada e neutralizada com ácido clorídrico (19% em peso) com pH de 6-7. O produto é várias vezes lavado com isopropanol aquoso a 80%, e por fim com acetona pura, secado e moído.

Formulação	Ex. 10	Ex. 11	Ex. 12
NaOH,g	22	44	66
cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dimetilamina (65% em peso), g	55,4	110,8	166,2
Rendimento bruto, g	87,0	99,0	94,1
Teor de matéria seca, %	96,79	96,48	96,66
Teor de nitrogênio,% com relação à massa seca	2,2	3,38	3,99
DS(N)	0,3	0,5	0,66
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de dimetilaminoetila, %	61	50	44
Cinza sulfatada,% em relação à massa seca	1,52	1,39	1,06
Teor de cloreto,% em relação à massa seca	4,40	4,63	9,44
Viscosidade (2%em peso em água), mPa*s	32630	23200	15840
Turbidez (1% em peso em água), NTU	13,6	7,6	4,5
Transmissão (1% em peso em água),%	83,5	91,7	95,7
Índice de Staudinger, mL/g	1383	1326	1209

[0056] Exemplos comparativos 6-8: Produção de goma guar de

dietilaminoetila em uma pasta de água-isopropanol.

[0057] Goma guar (53g, teor de matéria seca 92,18%, índice de Staundinger: 1392 mL/g) é suspensa em uma mistura de isopropanol e água, de acordo com os dados quantitativos abaixo relacionados, em um equipamento agitador de fundo redondo com junta esmerilhada em vidro, com capacidade de 500 mL, provido de impelidor-agitador.

[0058] São adicionados como matéria sólida 26,4 g de hidróxido de sódio e após 1 hora de agitação sob temperatura ambiente são adicionados 79,4 g de solução de cloridrato de N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina (65% em peso) e a mistura de reação é aquecida sob atmosfera de nitrogênio a 60° C. Após um tempo de reação de 4 horas a formulação é resfriada e neutralizada com ácido clorídrico (19% em peso) em pH de 6 - 7. O produto é várias vezes lavado com isopropanol aquoso a 80% e por fim com acetona pura, secado e moído.

Formulação	Comp.6	Comp.7	Comp.8
Isopropanol	648	686	724
Água	83	44	6
Rendimento bruto, g	37,5	37,1	30,1
Teor de matéria seca, %	95,9	95,6	96,1
Teor de nitrogênio,% com relação à massa seca	0,75	0,56	0,58
DS (N)	0,09	0,07	0,07
Conversão com relação a cloreto-cloridrato de dietilaminoetila, %	9,4	6,9	7,2
Cinza sulfatada,% em relação a massa seca	2,17	2,24	3,32
Teor de cloreto,% em relação a massa seca	1,57	0,99	1,42
Viscosidade (2%em peso em água), mPa*s	50250	37190	53810
Turbidez (1% em peso em água), NTU	124	180	119
Transmissão (1% em peso em água),%	42,9	32,4	36,8
Índice de Staudinger, mL/g	42,9	32,4	36,8

[0059] A figura 1 mostra uma comparação do índice de

Staudinger em 0,1 M NaCl de goma guar dietilaminoetila, produzido de acordo com método Slurry, conforme a invenção, (exemplos 1 a 4, quadrados) e o método de emulsão conhecido de acordo com o documento DE28 40 011 (exemplos comparativos 7 a 11, losangos).

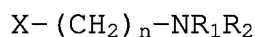
[0060] As gomas guar de dietilaminoetila, produzidas de acordo com o método de emulsão, mostram uma clara redução no índice de Staudinger com grau de substituição crescente. Em contrapartida, de acordo com o novo método podem ser produzidos derivados de goma guar de aminoalquila, que apresentam também elevados índices de Staudinger em caso de elevado grau de substituição, e conseqüentemente, elevados pesos moleculares. Conforme podemos observar na figura, os índices de Staudinger com grau de substituição crescente nem mesmo diminuem ou diminuem muito pouco.

[0061] Na figura 2 as viscosidades em água (2% em peso) de goma guar de dietilaminoetila produzidas de acordo com a invenção (exemplos de 1 a 6, quadrados) são representadas em função do grau de substituição DS(N) (número médio de grupos amina por unidade de anidro-açúcar). Para a comparação foram relacionados derivados de goma guar produzidos de acordo com o método de emulsão acima citado (exemplos comparativo de 7 a 11, losangos).

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila, compreendendo:

- a) goma guar ou um derivado de goma guar ser disperso em uma mistura (pasta) de solvente aprótico miscível em água e água, e
- b) a goma guar ou derivado de goma guar ser alcalinizado com uma base, e
- c) em seguida ser realizada uma eterificação da referida mistura com um reagente contendo grupos amina, sob uma temperatura elevada se necessário, e então
- d) neutralizar referida mistura se necessário
- e) se necessário filtrar, se necessário lavar, se necessário secar e se necessário moer o produto de reação, caracterizado pelo fato de o reagente contendo grupos amina ser um composto da fórmula geral



onde

X é um grupo de saída selecionado a partir de cloro, bromo, iodo ou um radical de ácido sulfônico $R'SO_3$, sendo R' um radical aromático ou alifático, e

n ser um número inteiro, que precisa ser pelo menos 2,

os radicais R_1 e R_2 , independentemente entre si, significam substituintes alquila ou arila alifáticos ou ramificados ou cíclicos, eventualmente substituídos com hetero-átomos, com 1-24 átomos C, ou H e dois radicais R_1 e R_2 podem formar um anel juntamente com o átomo de nitrogênio.

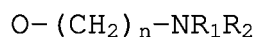
2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o solvente miscível em água ser selecionado do grupo composto de acetona, metiletilcetona, dimetoxietano.

3. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de o reagente contendo grupos amina, ser selecionado do grupo consistindo de N-(2-cloroetil)-N,N-diisopropilamina, N-(2-cloroetil)-N,N-dietilamina ou N-(2-cloroetil)-N,N-dimetilamina ou os hidrocloreidratos dessas aminas.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato o reagente contendo grupos amina ser utilizado em uma quantidade de aproximadamente 0,1 - 3 mol por mol de açúcar anidro de goma guar ou de derivado de goma guar.

5. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de ser utilizado como material de partida um éter de goma guar.

6. Derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila, caracterizados pelo fato de uma parte dos grupos hidroxila ser transformada em grupos de éter de dialquilaminoalquila da fórmula geral



onde,

n é um número inteiro, que precisa ser pelo menos 2, os radicais R_1 e R_2 , independentemente entre si, significam substituintes alquila ou arila substituídos eventualmente com hetero-átomos, com 1-24 átomos C, ou H e dois radicais R_1 e R_2 podem formar um anel juntamente com o átomo de nitrogênio, e sendo que esses derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila apresentam um índice de Staudinger > 900 mL/g, medido em um viscosímetro capilar segundo Ubbelohde a 20° C em uma solução de 0,1 M NaCl, e um DS(N) > 0,3, determinado segundo o método de Kjeldahl.

7. Derivados, de acordo com a reivindicação 6, caracterizados pelo fato de os grupos aminoalquila estarem presentes pelo menos parcialmente na forma quaternizada.

8. Uso de derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila, conforme definidos em qualquer uma das reivindicações de 6 a 7, caracterizado pelo fato de estarem destinados à produção de condicionadores de cabelo.

9. Uso de derivados de goma guar contendo grupos aminoalquila, conforme definidos qualquer uma das reivindicações de 6 a 7, caracterizado pelo fato de estarem destinados à produção de agentes auxiliares de floculação.

1/1

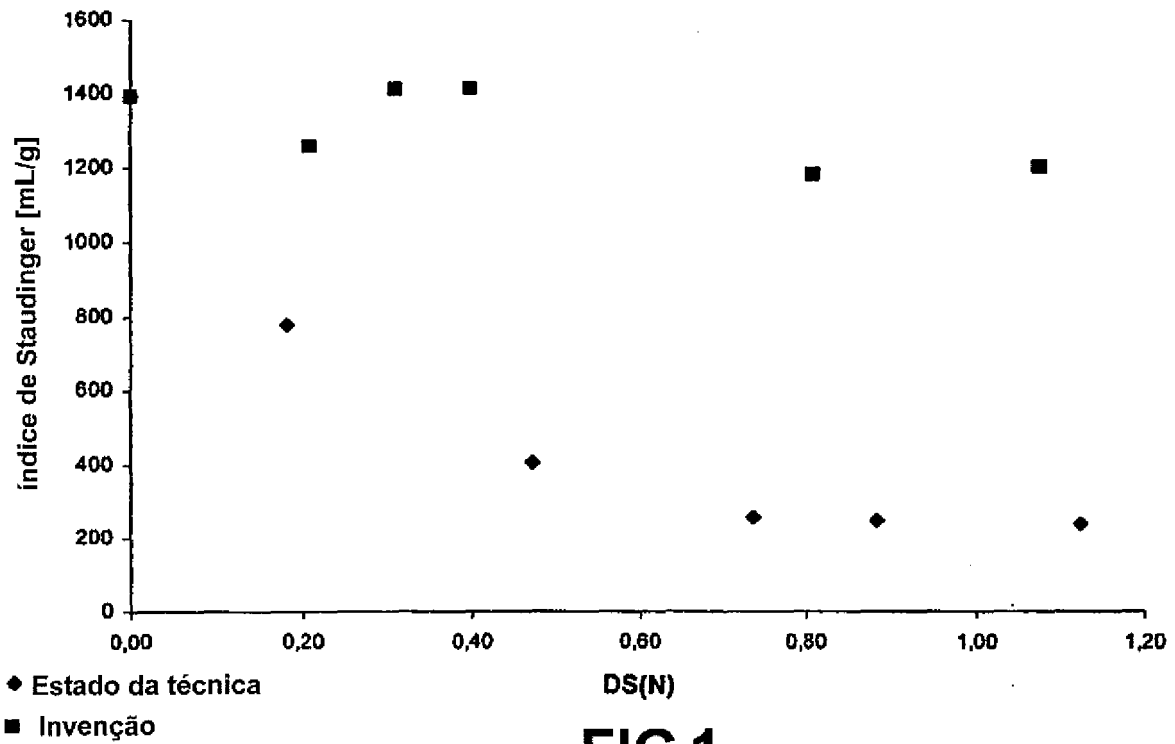


FIG.1

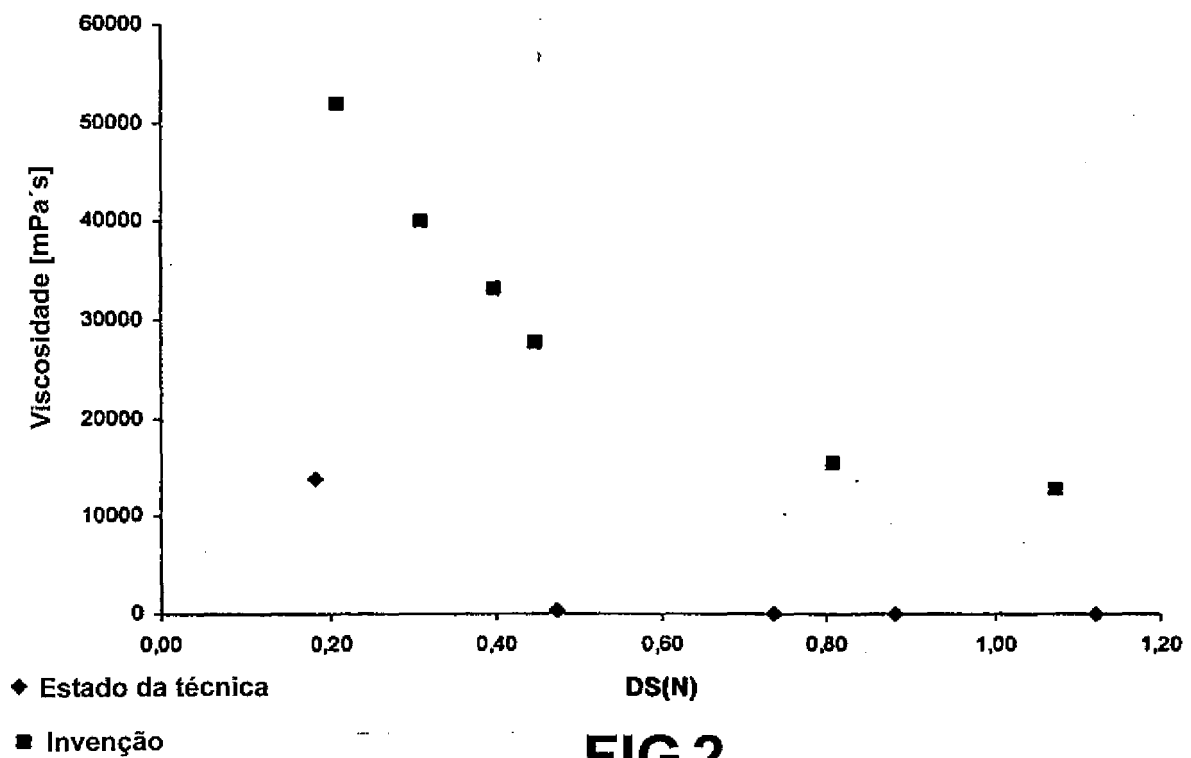


FIG.2